

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

THIS PAGE BLANK (USPTO)

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 11043748
PUBLICATION DATE : 16-02-99

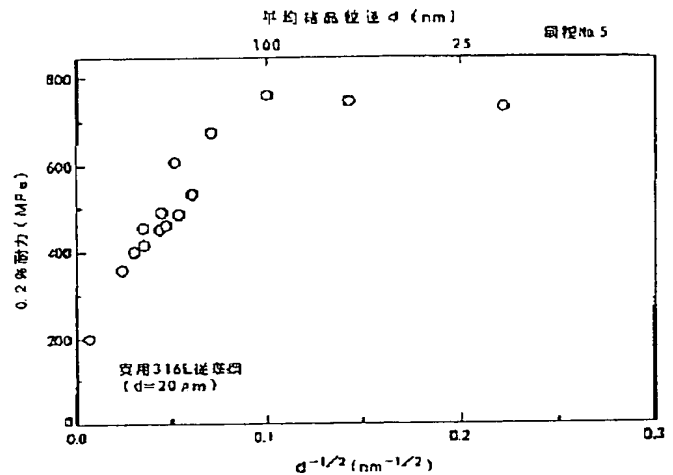
APPLICATION DATE : 23-07-97
APPLICATION NUMBER : 09196755

APPLICANT : HITACHI LTD;

INVENTOR : INAGAKI MASATOSHI;

INT.CL. : C22C 38/00 C22C 33/02 C22C 38/40
C22C 38/50 // B22F 1/00 B22F 3/15
B22F 3/24

TITLE : HIGH STRENGTH AUSTENITIC
SINTERED STEEL, ITS PRODUCTION
AND ITS USE



ABSTRACT : PROBLEM TO BE SOLVED: To produce austenitic sintered steel increased in strength by the uniform super-refining of grain size, in which copper hardly entering into solid solution is refined and having antibacterial properties, to provide a method for producing it and to provide structural parts using the same.

SOLUTION: This high strength austenitic sintered steel is the one contg., by weight, $\leq 0.1\%$ C, $\leq 1\%$ Si, $\leq 2.0\%$ Mn, 9 to 30% Ni, 14 to 20% Cr and $\leq 10\%$ Cu, having ≥ 90 vol.% austenitic phases of ≤ 1 μ m average grain size or furthermore contg. at least one kind among $\leq 3\%$ Mo, $\leq 1.0\%$ Ti, $\leq 2.0\%$ Zr and $\leq 1.0\%$ Nb. It has antibacterial properties, particularly to the part in contact with water in a high stress load environment.

COPYRIGHT: (C)1999,JPO

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-43748

(43)公開日 平成11年(1999) 2月16日

(51)Int.Cl. ⁶	識別記号	F I	
C 2 2 C 38/00	3 0 4	C 2 2 C 38/00	3 0 4
33/02		33/02	B
38/40		38/40	
38/50		38/50	
// B 2 2 F 1/00		B 2 2 F 1/00	E

審査請求 未請求 請求項の数13 O L (全 12 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平9-196755

(22)出願日 平成9年(1997) 7月23日

(71)出願人 000005108

株式会社日立製作所

東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地

(72)発明者 新井 将彦

茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株

式会社日立製作所日立研究所内

(72)発明者 稲垣 正寿

茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株

式会社日立製作所日立研究所内

(74)代理人 弁理士 小川 勝男

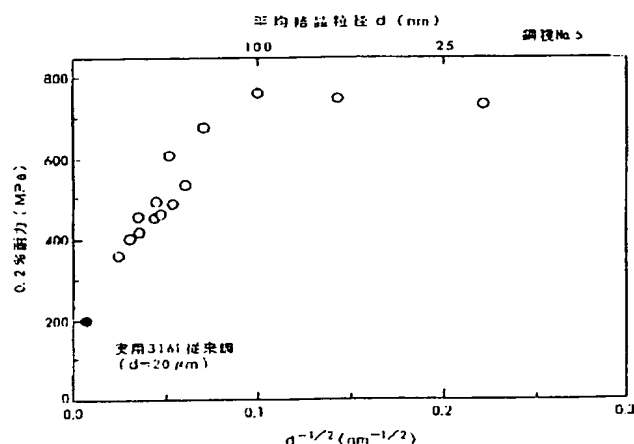
(54)【発明の名称】 高強度オーステナイト焼結鋼とその製造方法及びその用途

(57)【要約】

【課題】本発明の目的は、結晶粒径を均一に超微細化することにより高強度化し、さらに難固溶性の銅を微細分散させる抗菌性を有するオーステナイト焼結鋼、その製造方法及びそれらをもちいた構成部品を提供するにある。

【解決手段】本発明は、重量で、C 0.1%以下、S i 1%以下、M n 2.0%以下、N i 9~30%、C r 14~20%、C u 10%以下を含有し、平均結晶粒径が1 μ m以下であり、90体積%以上のオーステナイト相を有すること、またはこれにM o 3%以下、T i 1.0%以下、Z r 2.0%以下、N b 1.0%以下の少なくとも1種を含む高強度オーステナイト焼結鋼とその銅粉末を用いて焼結する製造方法及びその用途、特に高応力負荷環境下で水と接する部分に対して抗菌性を有するものである。

図 9



化学組成 (mass%)													
No.	Fe	Cr	Ni	Mn	P	Si	S	C	Cu	Mo	Ti	Zr	Nb
1	bal.	18.8	9.3	1.7	0.04	0.02	0.05	0.05	0.5	—	—	—	—
2	bal.	19.1	10.0	1.5	0.03	0.02	0.02	0.02	8.2	—	—	—	—
3	bal.	14.8	25.0	1.6	0.03	0.02	0.09	0.09	3.5	—	—	—	—
4	bal.	17.0	18.2	0.5	0.03	0.02	0.01	0.01	2.6	2.1	—	—	—
5	bal.	17.8	11.8	1.4	0.03	0.02	0.02	0.02	3.2	2.6	—	—	—
6	bal.	16.9	26.8	1.5	0.03	0.02	0.05	0.05	1.5	2.3	—	—	—
7	bal.	14.8	12.5	1.6	0.03	0.02	0.09	0.09	5.6	2.8	—	—	—
8	bal.	19.6	9.2	0.6	0.03	0.02	0.01	0.01	4.3	—	—	—	—
9	bal.	18.5	9.5	1.6	0.03	0.02	0.05	0.05	6.1	—	0.3	—	—
10	bal.	19.6	11.1	0.9	0.03	0.02	0.02	0.02	3.1	—	—	0.3	—
11	bal.	19.0	9.6	1.5	0.03	0.02	0.05	0.05	2.5	—	—	—	0.3
12	bal.	18.6	10.8	1.4	0.04	0.02	0.02	0.02	1.9	—	1.0	—	—
13	bal.	19.2	10.2	0.6	0.03	0.02	0.04	0.04	4.2	—	—	2.0	—
14	bal.	18.7	10.2	1.2	0.03	0.02	0.05	0.05	5.7	—	0.2	0.1	—
15	bal.	18.0	12.2	0.8	0.03	0.02	0.05	0.05	2.1	—	0.7	—	0.2
16	bal.	19.0	11.2	0.9	0.03	0.02	0.05	0.05	3.6	—	—	—	1.0
17	bal.	17.2	13.2	1.6	0.03	0.02	0.02	0.02	1.8	2.2	0.3	—	—
18	bal.	17.6	11.0	0.9	0.04	0.01	0.06	0.06	2.2	2.1	0.2	0.3	—
19	bal.	16.3	13.3	1.6	0.03	0.02	0.05	0.05	5.8	2.2	0.7	—	0.6
20	bal.	16.9	12.0	1.4	0.03	0.01	0.05	0.05	4.2	2.5	—	1.2	—
21	bal.	17.4	10.3	0.6	0.03	0.02	0.04	0.04	2.6	2.3	0.4	—	0.3
22	bal.	17.2	11.1	1.2	0.30	0.02	0.05	0.05	3.2	2.0	—	0.1	0.3
23	bal.	16.1	12.3	0.8	0.04	0.02	0.05	0.05	1.1	2.5	0.2	0.2	0.6
24	bal.	17.6	12.0	0.8	0.03	0.02	0.05	0.05	1.9	2.1	0.5	0.7	0.2

端
1

【0038】

【表2】

表 2

	温度(℃)×時間(h)	圧力(kgf/cm ²)
条件1	850(℃)×0.5(h)	2000(kgf/cm ²)
条件2	900(℃)×0.5(h)	2000(kgf/cm ²)
条件3	950(℃)×0.5(h)	2000(kgf/cm ²)

【0039】実施例2

本発明に係る結晶粒超微細化オーステナイト鋼の作製方法の実施例を説明する。本実施例では機械的合金化処理に図6の遊星型ボールミル装置を使用した。この装置の構成は、真空引き弁9と、Arガスまたは窒素ガスの置換弁10及び温度計測用の小穴11を具備するステンレス製の蓋12、容積500ccのステンレス容器13、重量300gの混合粉末14、容器13内の直径10mmの鋼製ボール15からなる。外部駆動系から回転が回転盤16に伝えられ、その上に上文字に配置された4基の容器13には遠心力が生じると共に各容器13自身の回転も起こり、ボール15は容器13の内壁に沿って回転運動し、ボール15間同士、ボール15と容器13の内壁間で衝突が生じ、混合粉末14が強加工され微細結晶粒を有する合金粉末が得られた。回転盤の回転速度は150rpmで行った。本発明に係る各種結晶粒超微細化オーステナイト鋼の主要化学成分が表1中No.1〜24に示される。微細結晶粒を有する合金粉末を熱間等方加工処理(HIP)し条件1：850℃×0.5時間、2000kgf/cm²によりバルク材とした。電子顕微鏡観察において粗大な銅析出物は観察されなかった。

【0040】実施例3

表1に示した組成の結晶粒超微細化オーステナイト鋼のHIP処理したバルク材料を、900℃、950℃、1000℃、1050℃の温度でそれぞれ0.5時間真空焼鈍した。また、1050℃で、0.25、0.5、1、

0、2、0.5、0、10、0時間真空焼鈍し、これらの試料に室温で引張試験(歪み速度： $\sim 10^{-4}$ s)を行った。C濃度の高い鋼及びTi、Zr、Nbを添加した鋼では、C濃度の低い鋼及びTi、Zr、Nbを添加しない鋼に比して結晶粒の成長が遅れ、C、Ti、Zr、Nbには結晶粒成長抑制効果があった。代表例として本発明のNo.5の鋼種について図7に焼鈍時間30分の場合の焼鈍温度と平均結晶粒径、図8に焼鈍温度1050℃の場合の焼鈍時間と平均結晶粒径、図9に平均結晶粒径と耐力の関係を従来材の実用316L鋼と共にそれぞれ示し、表3には平均結晶粒径と耐力及び伸びの関係を示した。また表4に本発明のNo.5、No.7、及びNo.17の鋼種について、1050℃で、0.5時間真空焼鈍した時の平均結晶粒径、耐力及び伸びをまとめた。平均結晶粒径は100nm以下についてはX線回折法を用い、100nm以上については電子顕微鏡を用いて測定した。いずれの熱処理条件においても電子顕微鏡観察において粗大な銅析出物は観察されなかった。表1に示した組成の機械的合金化処理粉末に実施例1及び2よりも高い温度でHIP処理(条件2：900℃×0.5時間、2000kgf/cm²、条件3：950℃×0.5時間、2000kgf/cm²)した。条件2では実施例1及び2よりも平均結晶粒径は大きくなり、条件3ではサブミクロンサイズの平均結晶粒径が得られた。代表的な例として本発明のNo.5の鋼種について表5にそれぞれの条件で得られた結晶粒径をまとめた。

なった。純銅は無菌領域が広いものの表面が変色していた。

【0047】

【表7】

表 7

	銅濃度(mass%)	無菌半径(mm)
No. 1	0.5	7
No. 2	8.2	18
No. 3	3.5	12
No. 4	2.6	11
No. 5	3.2	12
No. 6	1.5	8
No. 7	5.6	16
No. 8	4.3	14
No. 9	6.1	16
No. 10	3.1	12
純銅	99.99	20
SUS316	—	無菌域無し

【0048】実施例6

実施例1で作製した本発明の合金No. 1～10を用いて抗菌性をハロー法により測定した。ぶどう球菌を混合して作製した寒天培地に試料を乗せ、37℃の恒温槽で24時間保持した後、無菌域の半径を測定した。比較材料として、抗菌性のある純銅と、抗菌性の無いSUS316を使用した。表8にCu濃度と無菌半径をまとめた結果を示した。本発明合金ではいずれも抗菌性があることが確認でき、Cu濃度が高い方が抗菌性に優れることが明らかとなった。純銅は無菌領域が広いものの表面が変色していた。

【0049】

【表8】

表 8

	銅濃度(mass%)	無菌半径(mm)
No. 1	0.5	6
No. 2	8.2	17
No. 3	3.5	11
No. 4	2.6	10
No. 5	3.2	10
No. 6	1.5	7
No. 7	5.6	15
No. 8	4.3	14
No. 9	6.1	14
No. 10	3.1	12
純銅	99.99	20
SUS316	—	無菌域無し

【0050】

【発明の効果】本発明によれば、一般的に粒界が材料劣化の主因となり得る環境化で使用される強度部材に適用され、耐食性、強度に優れるため、製品の安全性、信頼性の向上に顕著な効果が得られる。また、台所まわり、トイレまわり等の家庭内水まわり部材だけでなく、壁や柱、屋根などの建材、熱交換器や復水器等の配管系統部材等水と接触する構造部材に適用され、抗菌性に優れるため、製品の安全性、信頼性の向上に顕著な効果が得られる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の結晶粒超微細化オーステナイト銅の平均結晶粒径と耐力及び伸びの関係を示す図。

【図2】本発明に係る結晶粒超微細化オーステナイト銅を製造するのに用いた装置の構成を示す図。

【図3】本発明の結晶粒超微細化オーステナイト銅を製造するのに用いた機械的合金化粉末のミリング時間とX線回折強度の関係を示す線図。

【図4】本発明の結晶粒超微細化オーステナイト銅を製造するのに用いた機械的合金化粉末のミリング時間と平均結晶粒径の関係を示す線図。

【図5】本発明の結晶粒超微細化オーステナイト銅を製造するのに用いた機械的合金化粉末のミリング時間とX線回折強度から求めた相変化の関係を示す線図。

【図6】本発明に係る結晶粒超微細化オーステナイト銅を製造するのに用いた装置の構成図。

【図7】本発明のNo. 5 オーステナイト銅の熱処理温度と平均結晶粒径の関係を示す線図。

【図8】本発明のNo. 5 オーステナイト銅の熱処理時間と平均結晶粒径の関係を示す線図。

【図9】本発明のNo. 5 オーステナイト銅と従来材実用316L銅の平均結晶粒径と耐力の関係を示す図。

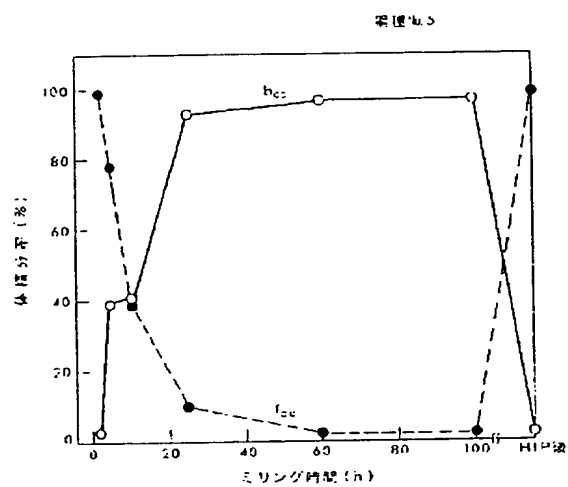
【図10】本発明のNo. 5 オーステナイト銅の真空焼純材と圧延急冷材の応力-歪曲線を示す線図。

【符号の説明】

1…粉砕タンク、2…冷却水入口、3…冷却水出口、7…アジテータアーム、13…ステンレス容器、16…回転盤。

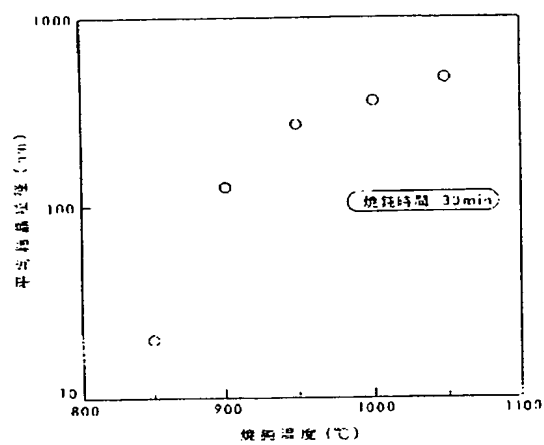
【図5】

図 5



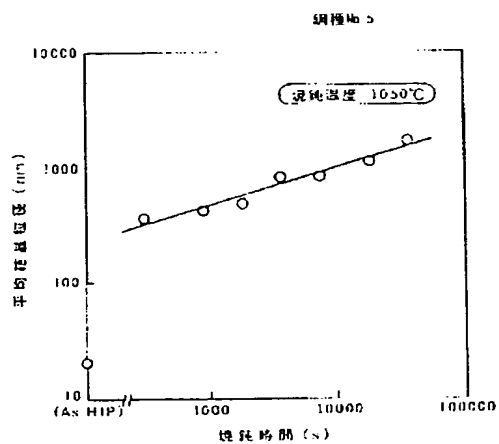
【図7】

図 7



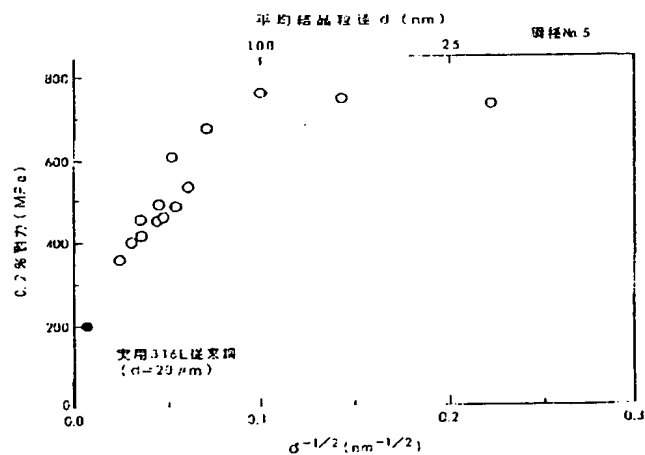
【図8】

図 8



【図9】

図 9



THIS PAGE BLANK (USPTO)